

24 NOV. 2003



BREVET D'INVENTION

REC'D 28 NOV 2003

WIPO PCT

COPIE CERTIFIÉE CONFORME D'UNE DEMANDE INTERNATIONALE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande internationale déposée auprès de l'Institut en application du Traité de Coopération en matière de brevets (PCT) fait à Washington le 19 juin 1970.

Fait à Paris le 20 OCT. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1 a) OU b)

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04
Télécopie : 01 42 93 59 30
<http://www.inpi.fr>

COPIE POUR
L'OFFICE RECEPTEUR

PCT

REQUÊTE

Le soussigné requiert que la présente demande internationale soit traitée conformément au Traité de coopération en matière de brevets.

| | |
|--|--------------|
| PCT/FR 02/02715 | |
| Demande internationale | |
| (29/07/02) | 29 JUL. 2002 |
| Date du dépôt international | |
| INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE | |
| Nom de l'office récepteur et "Demande internationale PCT" | |
| Référence du dossier du déposant ou du mandataire (facultatif) (12 caractères au maximum) 343792 D20549 | |

| | |
|--|---|
| Cadre n° I TITRE DE L'INVENTION | |
| PROCÉDE D'OBTENTION D'UN INSAPONIFIABLE D'AVOCAT RICHE EN LIPIDES FURANIQUE | |
| Cadre n° II DÉPOSANT <input type="checkbox"/> Cette personne est aussi inventeur | |
| Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) | n° de téléphone |
| LABORATOIRES EXPANSCIENCE 10, avenue de l'Arche 92400 COURBEVOIE FRANCE | n° de télécopieur |
| | n° de téléimprimeur |
| | n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office |
| Nationalité (nom de l'État) : FR | Domicile (nom de l'État) : FR |
| Cette personne est déposant pour : <input type="checkbox"/> tous les États désignés <input checked="" type="checkbox"/> tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique <input type="checkbox"/> les États-Unis d'Amérique seulement <input type="checkbox"/> les États indiqués dans le cadre supplémentaire | |
| Cadre n° III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTRE(S)) INVENTEUR(S) | |
| Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) | Cette personne est : |
| PICCIRILLI Antoine 39, avenue des Etats-Unis 78000 VERSAILLES FRANCE | <input type="checkbox"/> déposant seulement |
| | <input checked="" type="checkbox"/> déposant et inventeur |
| | <input type="checkbox"/> inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.) |
| n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office | |
| Nationalité (nom de l'État) : FR | Domicile (nom de l'État) : FR |
| Cette personne est déposant pour : <input type="checkbox"/> tous les États désignés <input type="checkbox"/> tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique <input checked="" type="checkbox"/> les États-Unis d'Amérique seulement <input type="checkbox"/> les États indiqués dans le cadre supplémentaire | |
| <input checked="" type="checkbox"/> D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une feuille annexe. | |
| Cadre n° IV MANDATAIRE OU REPRÉSENTANT COMMUN; OU ADRESSE POUR LA CORRESPONDANCE | |
| La personne dont l'identité est donnée ci-dessous est/ a été désignée pour agir au nom du ou des déposants auprès des autorités internationales compétentes, comme: | <input checked="" type="checkbox"/> mandataire <input type="checkbox"/> représentant commun |
| Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays.) | n° de téléphone |
| MARTIN Jean-Jacques, SCHRIMPF Robert, WARCOIN Jacques, AHNER Francis, TEXIER Christian, LE FORESTIER Eric, CALLON DE LAMARCK Jean-Robert CABINET REGIMBEAU 20, rue de Chazelles 75847 PARIS CEDEX 17 - FRANCE | 01 44 29 35 00 |
| | n° de télécopieur |
| | 01 44 29 35 99 |
| n° de téléimprimeur | |
| n° sous lequel le mandataire est inscrit auprès de l'office | |
| <input type="checkbox"/> Adresse pour la correspondance : cocher cette case lorsque aucun mandataire ni représentant commun n'est/n'a été désigné et que l'espace ci-dessus est utilisé pour indiquer une adresse spéciale à laquelle la correspondance doit être envoyée. | |

Suite du cadre n° III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTRE(S)) INVENTEUR(S)

Si aucun des sous-cadres suivants n'est utilisé, cette feuille ne doit pas être incluse dans la requête.

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

LEGRAND Jacques
LES FERRETTES
61290 NEUILLY SUR EURE
FRANCE

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
- ☒ déposant et inventeur
- ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

FR

Domicile (nom de l'État) :

FR

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☒ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
- ☐ déposant et inventeur
- ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

Domicile (nom de l'État) :

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
- ☐ déposant et inventeur
- ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

Domicile (nom de l'État) :

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
- ☐ déposant et inventeur
- ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

Domicile (nom de l'État) :

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

☐ D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une feuille annexe.

Cadre n° V DÉSIGNATION D'ÉTATS Cocher les cases appropriées; une au moins doit être cochée.

Les désignations suivantes sont faites conformément à la règle 4.9.a) :

Brevet régional

- ☒ **AP** Brevet ARIPO : GH Ghana, GM Gambie, KE Kenya, LS Lesotho, MW Malawi, MZ Mozambique, SD Soudan, SL Sierra Leone, SZ Swaziland, TZ République-Unie de Tanzanie, UG Ouganda, ZM Zambie, ZW Zimbabwe et tout autre État qui est un État contractant du Protocole de Harare et du PCT (si une autre forme de protection ou de traitement est souhaitée, le préciser sur la ligne pointillée).....
- ☒ **EA** Brevet eurasien : AM Arménie, AZ Azerbaïdjan, BY Bélarus, KG Kirghizistan, KZ Kazakhstan, MD République de Moldova, RU Fédération de Russie, TJ Tadjikistan, TM Turkménistan et tout autre État qui est un État contractant de la Convention sur le brevet eurasien et du PCT
- ☒ **EP** Brevet européen : AT Autriche, BE Belgique, BG Bulgarie, CH & LI Suisse et Liechtenstein, CY Chypre, CZ République tchèque, DE Allemagne, DK Danemark, EE Estonie, ES Espagne, FI Finlande, FR France, GB Royaume-Uni, GR Grèce, IE Irlande, IT Italie, LU Luxembourg, MC Monaco, NL Pays-Bas, PT Portugal, SE Suède, SK Slovaquie, TR Turquie et tout autre État qui est un État contractant de la Convention sur le brevet européen et du PCT
- ☒ **OA** Brevet OAPI : BF Burkina Faso, BJ Bénin, CF République centrafricaine, CG Congo, CI Côte d'Ivoire, CM Cameroun, GA Gabon, GN Guinée, GQ Guinée équatoriale, GW Guinée-Bissau, ML Mali, MR Mauritanie, NE Niger, SN Sénégal, TD Tchad, TG Togo et tout autre État qui est un État membre de l'OAPI et un État contractant du PCT (si une autre forme de protection ou de traitement est souhaitée, le préciser sur la ligne pointillée).....

Brevet national (si une autre forme de protection ou de traitement est souhaitée, le préciser sur la ligne pointillée) :

- | | | |
|---|---|--|
| <input checked="" type="checkbox"/> AE Émirats arabes unis | <input checked="" type="checkbox"/> GM Gambie | <input checked="" type="checkbox"/> NZ Nouvelle-Zélande |
| <input checked="" type="checkbox"/> AG Antigua-et-Barbuda | <input checked="" type="checkbox"/> HR Croatie | <input checked="" type="checkbox"/> OM Oman |
| <input checked="" type="checkbox"/> AL Albanie | <input checked="" type="checkbox"/> HU Hongrie | <input checked="" type="checkbox"/> PH Philippines |
| <input checked="" type="checkbox"/> AM Arménie | <input checked="" type="checkbox"/> ID Indonésie | <input checked="" type="checkbox"/> PL Pologne |
| <input checked="" type="checkbox"/> AT Autriche | <input checked="" type="checkbox"/> IL Israël | <input checked="" type="checkbox"/> PT Portugal |
| <input checked="" type="checkbox"/> AU Australie | <input checked="" type="checkbox"/> IN Inde | <input checked="" type="checkbox"/> RO Roumanie |
| <input checked="" type="checkbox"/> AZ Azerbaïdjan | <input checked="" type="checkbox"/> IS Islande | <input checked="" type="checkbox"/> RU Fédération de Russie |
| <input checked="" type="checkbox"/> BA Bosnie-Herzégovine | <input checked="" type="checkbox"/> JP Japon | |
| <input checked="" type="checkbox"/> BB Barbade | <input checked="" type="checkbox"/> KE Kenya | <input checked="" type="checkbox"/> SD Soudan |
| <input checked="" type="checkbox"/> BG Bulgarie | <input checked="" type="checkbox"/> KG Kirghizistan | <input checked="" type="checkbox"/> SE Suède |
| <input checked="" type="checkbox"/> BR Brésil | <input checked="" type="checkbox"/> KP République populaire démocratique de Corée | <input checked="" type="checkbox"/> SG Singapour |
| <input checked="" type="checkbox"/> BY Bélarus | <input checked="" type="checkbox"/> KR République de Corée | <input checked="" type="checkbox"/> SI Slovénie |
| <input checked="" type="checkbox"/> BZ Belize | <input checked="" type="checkbox"/> KZ Kazakhstan | <input checked="" type="checkbox"/> SK Slovaquie |
| <input checked="" type="checkbox"/> CA Canada | <input checked="" type="checkbox"/> LC Sainte-Lucie | <input checked="" type="checkbox"/> SL Sierra Leone |
| <input checked="" type="checkbox"/> CH & LI Suisse et Liechtenstein | <input checked="" type="checkbox"/> LK Sri Lanka | <input checked="" type="checkbox"/> TJ Tadjikistan |
| <input checked="" type="checkbox"/> CN Chine | <input checked="" type="checkbox"/> LR Liberia | <input checked="" type="checkbox"/> TM Turkménistan |
| <input checked="" type="checkbox"/> CO Colombie | <input checked="" type="checkbox"/> LS Lesotho | <input checked="" type="checkbox"/> TN Tunisie |
| <input checked="" type="checkbox"/> CR Costa Rica | <input checked="" type="checkbox"/> LT Lituanie | <input checked="" type="checkbox"/> TR Turquie |
| <input checked="" type="checkbox"/> CU Cuba | <input checked="" type="checkbox"/> LU Luxembourg | <input checked="" type="checkbox"/> TT Trinité-et-Tobago |
| <input checked="" type="checkbox"/> CZ République tchèque | <input checked="" type="checkbox"/> LV Lettonie | |
| <input checked="" type="checkbox"/> DE Allemagne | <input checked="" type="checkbox"/> MA Maroc | <input checked="" type="checkbox"/> TZ République-Unie de Tanzanie |
| <input checked="" type="checkbox"/> DK Danemark | <input checked="" type="checkbox"/> MD République de Moldova | <input checked="" type="checkbox"/> UA Ukraine |
| <input checked="" type="checkbox"/> DM Dominique | <input checked="" type="checkbox"/> MG Madagascar | <input checked="" type="checkbox"/> UG Ouganda |
| <input checked="" type="checkbox"/> DZ Algérie | <input checked="" type="checkbox"/> MK Ex-République yougoslave de Macédoine | <input checked="" type="checkbox"/> US États-Unis d'Amérique |
| <input checked="" type="checkbox"/> EC Équateur | <input checked="" type="checkbox"/> MN Mongolie | |
| <input checked="" type="checkbox"/> EE Estonie | <input checked="" type="checkbox"/> MW Malawi | <input checked="" type="checkbox"/> UZ Ouzbékistan |
| <input checked="" type="checkbox"/> ES Espagne | <input checked="" type="checkbox"/> MX Mexique | <input checked="" type="checkbox"/> VN Viet Nam |
| <input checked="" type="checkbox"/> FI Finlande | <input checked="" type="checkbox"/> MZ Mozambique | <input checked="" type="checkbox"/> YU Yougoslavie |
| <input checked="" type="checkbox"/> GB Royaume-Uni | <input checked="" type="checkbox"/> NO Norvège | <input checked="" type="checkbox"/> ZA Afrique du Sud |
| <input checked="" type="checkbox"/> GD Grenade | | <input checked="" type="checkbox"/> ZM Zambie |
| <input checked="" type="checkbox"/> GE Géorgie | | <input checked="" type="checkbox"/> ZW Zimbabwe |
| <input checked="" type="checkbox"/> GH Ghana | | |

~~[et tout autre état désignable au moment du dépôt]~~

Les cases ci-dessous sont réservées à la désignation d'États qui sont devenus parties au PCT après la publication de la présente feuille :

| | | |
|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

Déclaration concernant les désignations de précaution : outre les désignations faites ci-dessus, le déposant fait aussi conformément à la règle 4.9.b) toutes les désignations qui seraient autorisées en vertu du PCT, à l'exception de toute désignation indiquée dans le cadre supplémentaire comme étant exclue de la portée de cette déclaration. Le déposant déclare que ces désignations additionnelles sont faites sous réserve de confirmation et que toute désignation qui n'est pas confirmée avant l'expiration d'un délai de 15 mois à compter de la date de priorité doit être considérée comme retirée par le déposant à l'expiration de ce délai. (La confirmation (y compris les taxes) doit parvenir à l'office récepteur dans le délai de 15 mois.)

| Cadre n° VI REVENDEICATION DE PRIORITÉ | | | | |
|---|------------------------------------|--|---|--|
| La priorité de la ou des demandes antérieures suivantes est revendiquée : | | | | |
| Date de dépôt de la demande antérieure (jour/mois/année) | Numéro de la demande antérieure | Lorsque la demande antérieure est une : | | |
| | | demande nationale : pays ou membre de l'OMC | demande régionale :* office régional | demande internationale : office récepteur |
| point 1) | | | | |
| point 2) | | | | |
| point 3) | | | | |
| point 4) | | | | |
| point 5) | | | | |

☐ D'autres revendications de priorité sont indiquées dans le cadre supplémentaire.

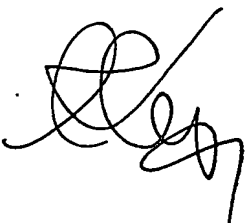
L'office récepteur est prié de préparer et de transmettre au Bureau international une copie certifiée conforme de la ou des demandes antérieures (seulement si la demande antérieure a été déposée auprès de l'office qui, aux fins de la présente demande internationale, est l'office récepteur) indiquées ci-dessus sous :

☐ tous les points
 ☐ point 1)
 ☐ point 2)
 ☐ point 3)
 ☐ point 4)
 ☐ point 5)
 ☐ autre, voir le cadre supplémentaire

* Si la demande antérieure est une demande ARIPO, indiquer au moins un pays partie à la Convention de Paris pour la protection de la propriété industrielle ou un membre de l'Organisation mondiale du commerce pour lequel cette demande antérieure a été déposée (règle 4.10.b)ii)) :

| Cadre n° VII ADMINISTRATION CHARGÉE DE LA RECHERCHE INTERNATIONALE |
|--|
| Choix de l'administration chargée de la recherche internationale (ISA) (si plusieurs administrations chargées de la recherche internationale sont compétentes pour procéder à la recherche internationale, indiquer l'administration choisie; le code à deux lettres peut être utilisé) : ISA / ..EP..... |
| Demande d'utilisation des résultats d'une recherche antérieure; mention de cette recherche (si une recherche antérieure a été effectuée par l'administration chargée de la recherche internationale ou demandée à cette dernière) : Date (jour/mois/année) Numéro Pays (ou office régional) |

| Cadre n° VIII DÉCLARATIONS | |
|---|---------------------------|
| Les déclarations suivantes figurent dans les cadres n° VIII.i) à v) (cocher ci-dessous la ou les cases appropriées et indiquer dans la colonne de droite le nombre de chaque type de déclaration) : | Nombre de déclarations |
| <input type="checkbox"/> cadre n° VIII.i) déclaration relative à l'identité de l'inventeur : | |
| <input type="checkbox"/> cadre n° VIII.ii) déclaration relative au droit du déposant, à la date du dépôt international, de demander et d'obtenir un brevet : | |
| <input type="checkbox"/> cadre n° VIII.iii) déclaration relative au droit du déposant, à la date du dépôt international, de revendiquer la priorité d'une demande antérieure : | |
| <input type="checkbox"/> cadre n° VIII.iv) déclaration relative à la qualité d'inventeur (seulement aux fins de la désignation des États-Unis d'Amérique) : | |
| <input type="checkbox"/> cadre n° VIII.v) déclaration relative à des divulgations non opposables ou à des exceptions au défaut de nouveauté : | |

| Cadre n° IX BORDEREAU; LANGUE DE DÉPÔT | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|--|----|------------------|---|----------|---|-----------|---|---------------------------------|-----------|---|-----------------------------|-----------------------------|---|-----------------------------|--|---|-----------------------------|-----------------------------|---|-----------------------------|---|---|-----------------------------|--|---|-----------------------------|---|---|-----------------------------|---|---|-----------------------------|---|---|-----------------------------|---|---|--|--|--|------------------------------|---|---|
| <p>La présente demande internationale contient :</p> <p>a) le nombre de feuilles suivant sous forme papier :</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 80%;">requête (y compris la ou les feuilles pour déclaration) :</td> <td style="width: 20%; text-align: right;">5</td> </tr> <tr> <td>description (à l'exception de la partie réservée au listage des séquences) :</td> <td style="text-align: right;">21</td> </tr> <tr> <td>revendications :</td> <td style="text-align: right;">4</td> </tr> <tr> <td>abrégé :</td> <td style="text-align: right;">1</td> </tr> <tr> <td>dessins :</td> <td style="text-align: right;">-</td> </tr> <tr> <td>Sous-total de feuilles :</td> <td style="text-align: right; border-top: 1px solid black;">31</td> </tr> </table> <p>partie de la description réservée au listage des séquences (<i>nombre réel de feuilles si cette partie est déposée sous forme papier, qu'elle soit ou non également déposée sous forme déchiffrable par ordinateur; voir b) ci-après</i>):</p> <p style="text-align: right; border-top: 1px solid black;">31</p> <p>Nombre total de feuilles : 31</p> <p>b) partie de la description réservée au listage des séquences déposée sous forme déchiffrable par ordinateur</p> <p>i) <input type="checkbox"/> seulement (en vertu de l'instruction 801.a)i))</p> <p>ii) <input type="checkbox"/> et également sous forme papier (en vertu de l'instruction 801.a)ii))</p> <p>Type et nombre de supports (disquette, CD-ROM, CD-R ou autre) sur lesquels figure la partie réservée au listage des séquences (<i>exemplaires supplémentaires à indiquer au point 9.ii), dans la colonne de droite</i>) :</p> <p>.....</p> | requête (y compris la ou les feuilles pour déclaration) : | 5 | description (à l'exception de la partie réservée au listage des séquences) : | 21 | revendications : | 4 | abrégé : | 1 | dessins : | - | Sous-total de feuilles : | 31 | <p>Le ou les éléments suivants sont joints à la présente demande internationale (<i>cocher la ou les cases appropriées et indiquer dans la colonne de droite le nombre de chaque élément</i>)</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 5%;">1. <input type="checkbox"/></td> <td style="width: 85%;">feuille de calcul des taxes</td> <td style="width: 10%; text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>2. <input type="checkbox"/></td> <td>pouvoir distinct original (A suivre : 2)</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>3. <input type="checkbox"/></td> <td>original du pouvoir général</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>4. <input type="checkbox"/></td> <td>copie du pouvoir général; le cas échéant, numéro de référence :</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>5. <input type="checkbox"/></td> <td>explication de l'absence d'une signature</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>6. <input type="checkbox"/></td> <td>document(s) de priorité indiqué(s) dans le cadre n° VI au(x) point(s) :</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>7. <input type="checkbox"/></td> <td>traduction de la demande internationale en (langue) :</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>8. <input type="checkbox"/></td> <td>indications séparées concernant des micro-organismes ou autre matériel biologique déposés</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td>9. <input type="checkbox"/></td> <td>listage des séquences sous forme déchiffrable par ordinateur (indiquer aussi le type et le nombre de supports (disquette, CD-ROM, CD-R ou autre))</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> <tr> <td colspan="3"> <p>i) <input type="checkbox"/> copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter seulement (et non en tant que partie de la demande internationale) :</p> <p>ii) <input type="checkbox"/> (<i>seulement lorsque la case b)i) ou b)ii) de la colonne de gauche est cochée</i>) exemplaires supplémentaires, y compris, le cas échéant, copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter :</p> <p>iii) <input type="checkbox"/> avec la déclaration pertinente quant à l'identité entre la copie – ou les exemplaires supplémentaires – et la partie réservée au listage des séquences mentionnée dans la colonne de gauche :</p> </td> </tr> <tr> <td>10. <input type="checkbox"/></td> <td>autres éléments (<i>préciser</i>) :</td> <td style="text-align: right;">:</td> </tr> </table> | 1. <input type="checkbox"/> | feuille de calcul des taxes | : | 2. <input type="checkbox"/> | pouvoir distinct original (A suivre : 2) | : | 3. <input type="checkbox"/> | original du pouvoir général | : | 4. <input type="checkbox"/> | copie du pouvoir général; le cas échéant, numéro de référence : | : | 5. <input type="checkbox"/> | explication de l'absence d'une signature | : | 6. <input type="checkbox"/> | document(s) de priorité indiqué(s) dans le cadre n° VI au(x) point(s) : | : | 7. <input type="checkbox"/> | traduction de la demande internationale en (langue) : | : | 8. <input type="checkbox"/> | indications séparées concernant des micro-organismes ou autre matériel biologique déposés | : | 9. <input type="checkbox"/> | listage des séquences sous forme déchiffrable par ordinateur (indiquer aussi le type et le nombre de supports (disquette, CD-ROM, CD-R ou autre)) | : | <p>i) <input type="checkbox"/> copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter seulement (et non en tant que partie de la demande internationale) :</p> <p>ii) <input type="checkbox"/> (<i>seulement lorsque la case b)i) ou b)ii) de la colonne de gauche est cochée</i>) exemplaires supplémentaires, y compris, le cas échéant, copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter :</p> <p>iii) <input type="checkbox"/> avec la déclaration pertinente quant à l'identité entre la copie – ou les exemplaires supplémentaires – et la partie réservée au listage des séquences mentionnée dans la colonne de gauche :</p> | | | 10. <input type="checkbox"/> | autres éléments (<i>préciser</i>) : | : |
| requête (y compris la ou les feuilles pour déclaration) : | 5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| description (à l'exception de la partie réservée au listage des séquences) : | 21 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| revendications : | 4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| abrégé : | 1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| dessins : | - | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Sous-total de feuilles : | 31 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1. <input type="checkbox"/> | feuille de calcul des taxes | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2. <input type="checkbox"/> | pouvoir distinct original (A suivre : 2) | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3. <input type="checkbox"/> | original du pouvoir général | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4. <input type="checkbox"/> | copie du pouvoir général; le cas échéant, numéro de référence : | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 5. <input type="checkbox"/> | explication de l'absence d'une signature | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 6. <input type="checkbox"/> | document(s) de priorité indiqué(s) dans le cadre n° VI au(x) point(s) : | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 7. <input type="checkbox"/> | traduction de la demande internationale en (langue) : | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 8. <input type="checkbox"/> | indications séparées concernant des micro-organismes ou autre matériel biologique déposés | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 9. <input type="checkbox"/> | listage des séquences sous forme déchiffrable par ordinateur (indiquer aussi le type et le nombre de supports (disquette, CD-ROM, CD-R ou autre)) | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <p>i) <input type="checkbox"/> copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter seulement (et non en tant que partie de la demande internationale) :</p> <p>ii) <input type="checkbox"/> (<i>seulement lorsque la case b)i) ou b)ii) de la colonne de gauche est cochée</i>) exemplaires supplémentaires, y compris, le cas échéant, copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter :</p> <p>iii) <input type="checkbox"/> avec la déclaration pertinente quant à l'identité entre la copie – ou les exemplaires supplémentaires – et la partie réservée au listage des séquences mentionnée dans la colonne de gauche :</p> | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 10. <input type="checkbox"/> | autres éléments (<i>préciser</i>) : | : | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Figure des dessins qui doit accompagner l'abrégé : | Langue de dépôt de la demande internationale : français | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <p>Cadre n° X SIGNATURE DU DÉPOSANT, DU MANDATAIRE OU DU REPRÉSENTANT COMMUN</p> <p><i>À côté de chaque signature, indiquer le nom du signataire et à quel titre l'intéressé signe (si cela n'apparaît pas clairement à la lecture de la requête).</i></p> | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <div style="display: flex; justify-content: space-between; align-items: flex-start;"> <div style="width: 40%;"> <p>TEXIER Christian</p>  </div> <div style="width: 55%; border: 2px solid black; padding: 10px; text-align: center;"> <p>CABINET REGIMBEAU CONSEILS EN PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE 20, rue de Chazelles 75847 PARIS CEDEX 17 FRANCE Tél. : 01 44 29 35 00 Fax : 01 44 29 35 99</p> </div> </div> | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

| Réservé à l'office récepteur | |
|--|---|
| <p>1. Date effective de réception des pièces supposées constituer la demande internationale : 29 JUL. 2002 (29 / 07 / 02).</p> | <p>2. Dessins :</p> <p><input type="checkbox"/> reçus :</p> <p><input type="checkbox"/> non reçus :</p> |
| <p>3. Date effective de réception, rectifiée en raison de la réception ultérieure, mais dans les délais, de documents ou de dessins complétant ce qui est supposé constituer la demande internationale :</p> | <p>6. <input type="checkbox"/> Transmission de la copie de recherche différée jusqu'au paiement de la taxe de recherche</p> |
| <p>4. Date de réception, dans les délais, des corrections demandées selon l'article 11.2) du PCT :</p> | |
| <p>5. Administration chargée de la recherche internationale (si plusieurs sont compétentes) : ISA /</p> | |

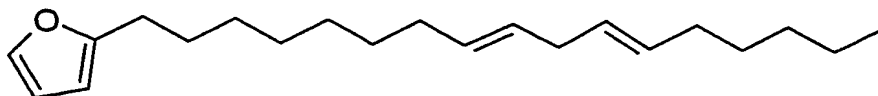
| Réservé au Bureau international |
|---|
| <p>Date de réception de l'exemplaire original par le Bureau international :</p> |

PROCEDE D'OBTENTION D'UN INSAPONIFIABLE D'AVOCAT RICHE EN
LIPIDES FURANIQUES

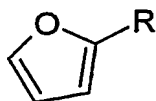
La présente invention concerne un procédé d'obtention
5 d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques.

L'avocat comprend de manière connue des lipides
particuliers de type furanique, dont le principal
composant est un furane linoléique :

10



Ainsi, « Par lipides furaniques d'avocat », on entend
15 selon l'invention les composants répondant à la formule :



dans laquelle R est une chaîne linéaire hydrocarbonée en
20 C₁₁-C₁₉ de préférence C₁₃-C₁₇ saturée ou comprenant une ou
plusieurs insaturations éthyléniques ou acétyléniques.

Ces lipides furaniques d'avocat ont été décrits notamment
dans Farines, M. et al, 1995, *J. of Am. Oil Chem. Soc.*
72, 473.

25

L'insaponifiable est la fraction d'un corps gras qui,
après action prolongée d'une base alcaline, reste
insoluble dans l'eau et peut être extraite par un solvant
organique. Cinq grands groupes de substances sont

présents dans la plupart des insaponifiables d'huiles végétales : hydrocarbures saturés ou insaturés, alcools aliphatiques ou terpéniques, stérols, tocophérols, les pigments caroténoïdes et xanthophiles.

5

Le brevet FR 91 08301 décrit un procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat à partir d'une huile d'avocat enrichie en l'une de ses fractions, dite H, correspondant en fait à ces mêmes lipides furaniques. La préparation d'un tel insaponifiable riche en lipides furaniques, dont la teneur peut varier de 30 à 60 %, est essentiellement conditionnée à un chauffage contrôlé des fruits frais, préalablement tranchés en fines lamelles, à une température comprise entre 80 et 120°C, et pendant une durée préférentiellement choisie entre 24 à 48 heures. Dans ce procédé, le traitement thermique peut être précédé de la déshydratation du fruit, mais de façon préférée, il est réalisé de façon concomitante au séchage du fruit. Ce traitement thermique permet après extraction, d'obtenir une huile d'avocat riche en lipides furaniques. Enfin, à partir de cette huile, l'obtention de la fraction insaponifiable est effectuée selon un procédé classique de saponification, complété d'une étape d'extraction liquide-liquide.

25

Ce procédé présente le premier inconvénient de devoir chauffer à une température relativement élevée, au moins égale à 80°C, pendant des temps assez longs, 1 à 2 jours, des lamelles de fruits riches en lipides aisément oxydables dans ces conditions. En outre, ce type de traitement thermique, entraîne dans les matières végétales alimentaires, des réactions secondaires de

30

dégradation bien connues de l'homme de métier, telles que les réactions de Maillard, à l'origine du brunissement non voulu des produits, et de l'apparition de flaveurs et d'arômes souvent désagréables.

5

Par ailleurs, ce type de traitement thermique, effectué sous air, sans inertage préalable, peut s'accompagner de modifications chimiques importantes, notamment en présence de substrats thermosensibles tels que les lipides (ex. acides gras insaturés) et leur fraction insaponifiable (ex. vitamine E). Ainsi, les processus thermiques vont favoriser la thermo-oxydation des substrats, les réactions radicalaires responsables de l'apparition de peroxydes, mais aussi de réactions de condensation intra ou intermoléculaires à l'origine de la formation de produits lourds.

De fait, la conjonction de ces processus secondaires non maîtrisés, peut conduire à une altération majeure des caractères organoleptiques des produits traités et à une profonde modification de leurs propriétés physico-chimiques. Enfin, ce type de procédé peut être à l'origine d'une baisse drastique du rendement en produit cible, en l'occurrence, les lipides furaniques, et nuire ainsi à la rentabilité globale du procédé.

Compte tenu de l'intérêt thérapeutique de l'insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques pour son action bénéfique et curative sur le tissu conjonctif, notamment dans les pathologies inflammatoires telles que l'arthrose, les parodontites et la sclérodermie, et de son coût élevé en général, il existe

donc un intérêt fort à préparer avec le meilleur rendement possible, des fractions insaponifiables d'huile d'avocat, riches en lipides furaniques et très appauvris en composés d'oxydation et de condensation.

5

La demanderesse a ainsi mis au point un procédé, permettant d'obtenir avec un rendement élevé, un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques, à savoir d'une teneur variant de 50 à 80%, présentant de
10 faibles teneurs en produits lourds et en peroxydes.

Ce procédé comprend les étapes successives suivantes :

- 15 (1) une étape de déshydratation contrôlée des avocats frais ou ayant subi des transformations préalables, réalisée à une température comprise entre -50°C et 75°C,
- (2) une étape d'extraction de l'huile des fruits déshydratés,
- 20 (3) une étape, alternativement,
 - a. de traitement thermique de l'huile extraite à une température pouvant varier de 80 à 150°C, éventuellement sous atmosphère inerte, puis d'une étape de concentration de l'huile en sa fraction
25 insaponifiable ou bien,
 - b. d'une étape de concentration de l'huile en sa fraction insaponifiable, puis d'un traitement thermique à une température pouvant varier de 80 à 150°C, éventuellement sous atmosphère inerte,
30 suivie
- (4) d'une étape de saponification et d'extraction de l'insaponifiable.

Par « avocat ayant subi des transformations préalables » on entend les co-produits issus des procédés d'extraction des huiles d'avocat frais, notamment ceux issus des
5 procédés dits de centrifugation. Ainsi, on peut notamment citer, à titre d' «avocat ayant subi des transformations préalables », i) les laits d'avocat obtenus par pressage des pulpes, ou encore ii) les produits de débourbage des pulpes partiellement déshuilées par centrifugation, sous-
10 produits généralement présents en sortie des passoires centrifuges, ou encore les culots de centrifugeuses produits au cours de la séparation.

D'autres sources d'avocat, que l'on fait entrer dans le terme « avocat ayant subi des transformations
15 préalables » peuvent encore être citées : Ainsi, les tourteaux d'avocat, co-produits lors de la pression à froid des fruits (frais ou séchés) ou de l'extraction liquide-solide de l'huile d'avocat de fruits frais ou séchés, à l'aide d'un solvant organique, peuvent aussi
20 constituer en l'état, une matière première alternative utilisable dans le cadre de la présente invention.

Enfin, bien que pauvres en huile, les noyaux d'avocat peuvent potentiellement constituer une source de lipides et être utilisés dans le cadre de la présente invention.

25

On entend plus généralement par déshydratation, effectuée à l'étape (1) du procédé, l'ensemble des techniques connues de l'homme de métier et qui permettent d'extraire l'eau d'un composé. Parmi ces techniques on peut citer le
30 séchage sous courant d'air chaud ou sous atmosphère contrôlée (ex. azote), à pression atmosphérique ou sous vide, en couche épaisse ou couche mince, mais encore le

séchage par micro-ondes, le séchage par pulvérisation, la lyophilisation et la déshydratation osmotique en solution (osmose directe) ou en phase solide (ex. séchage en sacs osmotiques).

- 5 Dans le cadre du présent procédé, pour des raisons de facilité de mise en œuvre industrielle et pour des raisons de coût, le séchage en séchoirs ventilés, en couche mince et sous courant d'air chaud, à une température comprise entre 70 et 75°C, pendant 8 à 36
10 heures est préféré.

L'étape (2) d'extraction peut être mise en œuvre par tout moyen connu de l'homme de métier, de préférence par une simple pression à froid ou grâce à un solvant à basse
15 température.

Selon la procédé de l'invention, l'étape de traitement thermique mise en œuvre à l'étape (3) a. ou b. peut se faire en présence ou non d'un catalyseur acide.

- 20 On entend par catalyseurs acides au sens large les catalyseurs minéraux et organiques dits homogènes tels que les acides chlorhydrique, sulfurique, acétique ou paratoluènesulfonique mais aussi, et de préférence, les catalyseurs solides hétérogènes tels que la silice,
25 l'alumine, les silices-alumines, les zircons, les zéolithes, les résines acides. On choisira en particulier les aluminés acides de grandes surfaces spécifiques, c'est à dire au moins égales à 200 m²/g.

On préfère pour la mise en œuvre du procédé de
30 l'invention les catalyseurs de type aluminés acides.

Avantageusement, on effectue ce traitement thermique sous un courant continu d'azote.

De préférence, la température de traitement thermique est comprise entre 80 et 130°C.

5

L'étape de concentration de l'étape (3)a. ou (3)b. peut être une cristallisation à froid ou une distillation moléculaire.

La distillation moléculaire peut être réalisée à une
10 température comprise entre 180 et 260°C en maintenant une pression comprise entre 10^{-3} et 10^{-2} mmHg.

Cette étape de distillation moléculaire de l'insaponifiable, est de préférence réalisée en utilisant un dispositif choisi parmi les distillateurs moléculaires
15 de type centrifuge et les dispositifs moléculaires de type à film raclé.

Les distillateurs moléculaires de type centrifuge sont connus de l'homme du métier. Par exemple, la demande EP 493 144 décrit un distillateur moléculaire de ce type.
20 D'une manière générale, le produit à distiller est étalé en couche mince sur la surface chauffée (surface chaude) d'un rotor conique tournant à grande vitesse. L'enceinte de distillation est placée sous vide. Dans ces conditions, il y a évaporation et non pas ébullition,
25 depuis la surface chaude, des constituants de l'insaponifiable, l'avantage étant que l'huile et l'insaponifiable (ces produits étant réputés fragiles) ne sont pas dégradés au cours de l'évaporation.

Les distillateurs moléculaires de type à film raclé,
30 également connus de l'homme du métier, comprennent une chambre de distillation dotée d'un racleur tournant, permettant l'étalement en continu sur la surface

d'évaporation (surface chaude) du produit à distiller. Les vapeurs de produit sont condensées par le biais d'un doigt réfrigéré, placé au centre de la chambre de distillation. Les systèmes périphériques d'alimentation et de vide sont très proches de ceux d'un distillateur centrifuge (pompes d'alimentation, pompes à vide à palette et à diffusion d'huile, etc.). La récupération des résidus et des distillats dans des ballons en verre, se fait par écoulement gravitationnel.

10

L'étape (4) de saponification de l'huile ou de l'extrait huileux peut être mise en œuvre en présence de potasse ou de soude en milieu alcoolique, de préférence éthanolique, suivie d'une ou plusieurs extraction(s). L'extraction par un solvant organique approprié (extraction liquide-liquide) en vue de séparer les savons d'acides gras et les composés insaponifiables, est particulièrement adaptée. Le solvant organique approprié peut être, par exemple choisi dans le groupe des alcanes, des alcanes halogénés, des solvants aromatiques, des éthers tels que le méthyltertiobutyl ether (MTBE) et de l'éther éthylique, ou tout autre solvant approprié non miscible avec la solution hydro-alcoolique.

20

De préférence on choisira un alcane halogéné, en particulier le 1,2-dichloroéthane.

25

La solution d'extraction obtenue est de préférence ensuite centrifugée, filtrée puis lavée à l'eau pour éliminer les traces résiduelles d'alcalinité. Enfin, le solvant d'extraction est évaporé soigneusement pour récupérer l'insaponifiable. On peut également bien

30

entendu prévoir des opérations supplémentaires connues de l'homme du métier, telle qu'une étape de désodorisation.

Les exemples suivants, non limitatifs, illustrent
5 l'invention.

A partir d'un même lot d'avocats frais, d'un poids de net de 1000 kg, de la variété Fuerte et d'origine sud-africaine, on constitue 6 sous-lots de 50 kg chacun.

10

Exemple 1 / Procédé de traitement thermique poussé du fruit :

50 kg d'avocats frais, sont coupés en fines lamelles de 2
15 à 5 mm d'épaisseur, noyau compris, à l'aide d'un trancheur à disque. L'outil de séchage est une étuve thermo-régulée à courant d'air chaud. Les avocats tranchés sont répartis sur une épaisseur de 4 à 5 cm sur des clayettes étagées. La température de séchage est
20 fixée à 85°C, sa durée est quant à elle de 48 heures. Une fois séchés, les fruits sont broyés puis soumis à une pression à froid. Cette opération est réalisée sur une petite presse Komet de laboratoire. L'huile extraite est alors filtrée sur büchner, puis stockée sous azote à
25 l'abri de la lumière et de l'humidité.

L'huile obtenue est ensuite distillée dans un distillateur moléculaire à film râclé, de type Leybold KDL 4, à une température de 230°C et sous un vide de 10^{-3}
30 mm de mercure. Le rendement en distillat de cette opération est de 9,2 %.

Dans un réacteur en verre, équipé d'une agitation mécanique et surmonté d'un réfrigérant, le distillat obtenu est saponifié pendant 4 heures, à reflux, en présence de 175 g de potasse à 50% et 875 g d'éthanol. En
5 fin de réaction, le mélange est refroidi à 30°C, puis dilué par ajout d'eau déminéralisée. La solution hydro-alcoolique (SHA) obtenue est alors extraite à l'ampoule à décanter par le 1,2-dichloro éthane.

10 Les phases organiques sont alors rassemblées et séchées sur sulfate de sodium anhydre. La fraction insaponifiable dissoute est enfin récupérée après évaporation du solvant et séchage sous vide. Cette étape est effectuée dans un évaporateur rotatif, à 70°C, sous une vide de 1 mm de
15 mercure, pendant 2 heures. On récupère ainsi 126 g de fraction insaponifiable d'avocat, qui est alors stockée sous azote pour être analysée.

L'analyse physico-chimique et chromatographique de cette
20 fraction a donné les résultats suivants :

- Indice de peroxyde : 87,2 meq O₂/kg
- Indice de saponification : 12,3 mg KOH/g
- Résidu à l'incinération : 0,3 %

25

- Teneur en lipides furaniques : 49,2 %
- Teneur en alcools gras : 14,7
- Composés lourds : 22,3 %

30 Exemple 2 / Procédé de traitement thermique poussé de l'huile :

50 kg d'avocats frais, sont coupés en fines lamelles de 2 à 5 mm d'épaisseur, noyau compris, à l'aide d'un trancheur à disque. L'outil de séchage est une étuve thermo-régulée à courant d'air chaud. Les avocats
5 tranchés sont répartis sur une épaisseur de 4 à 5 cm sur des clayettes étagées. La température de séchage est fixée à 70°C, sa durée est quant à elle de 48 heures. Une fois séchés, les fruits sont broyés puis soumis à une pression à froid. Cette opération est réalisée sur une
10 petite presse Komet de laboratoire. L'huile extraite est alors filtrée sur bûchner, puis stockée sous azote à l'abri de la lumière et de l'humidité.

Cette huile est ensuite chauffée à 85°C, pendant
15 48 heures, sous un courant continu d'azote, dans un réacteur en verre équipé d'une agitation mécanique.

L'huile obtenue est ensuite distillée dans un distillateur moléculaire à film râclé, de type Leybold
20 KDL 4, à une température de 230°C et sous un vide de 10^{-3} mm de mercure. Le rendement en distillat de cette opération est de 9,4 %.

Dans un réacteur en verre, équipé d'une agitation
25 mécanique et surmonté d'un réfrigérant, 350 g de ce distillat sont saponifiés pendant 4 heures, à reflux, en présence de 175 g de potasse à 50% et 875 g d'éthanol. En fin de réaction, le mélange est refroidi à 30°C, puis dilué par ajout d'eau déminéralisée. La solution hydro-
30 alcoolique (SHA) obtenue est alors extraite à l'ampoule à décanter par le 1,2- dichloro éthane.

Les phases organiques sont alors rassemblées et séchées

sur sulfate de sodium anhydre. La fraction insaponifiable dissoute est enfin récupérée après évaporation du solvant et séchage sous vide. Cette étape est effectuée dans un évaporateur rotatif, à 70°C, sous un vide de 1 mm de mercure, pendant 2 heures. On récupère ainsi 141 g de fraction insaponifiable d'avocat, qui est alors stockée sous azote pour être analysée.

L'analyse physico-chimique et chromatographique de cette fraction a donné les résultats suivants :

- Indice de peroxyde : 23,2 meq O₂/kg
- Indice de saponification : 11,3 mg KOH/g
- Résidu à l'incinération : 0,2 %

- Teneur en lipides furaniques : 57,6 %
- Teneur en alcools gras : 13,7
- Composés lourds : 14,3 %

Exemple 3 / Procédé de traitement thermique poussé du distillat :

50 kg d'avocats frais, sont coupés en fines lamelles de 2 à 5 mm d'épaisseur, noyau compris, à l'aide d'un trancheur à disque. L'outil de séchage est une étuve thermo-régulée à courant d'air chaud. Les avocats tranchés sont répartis sur une épaisseur de 4 à 5 cm sur des clayettes étagées. La température de séchage est fixée à 70°C, sa durée est quant à elle de 48 heures. Une fois séchés, les fruits sont broyés puis soumis à une pression à froid. Cette opération est réalisée sur une

petite presse Komet de laboratoire. L'huile extraite est alors filtrée sur bûchner, puis stockée sous azote à l'abri de la lumière et de l'humidité.

- 5 L'huile obtenue et ensuite distillée dans un distillateur moléculaire à film râclé, de type Leybold KDL 4, à une température de 230°C et sous un vide de 10^{-3} mm de mercure. Le rendement en distillat de cette opération est de 9,9 %.

10

Ce distillat est ensuite chauffé à 85°C, pendant 48 heures, sous un courant continu d'azote, dans un réacteur en verre équipé d'une agitation mécanique.

- 15 Dans un réacteur en verre, équipé d'une agitation mécanique et surmonté d'un réfrigérant, l'huile obtenue est saponifiée pendant 4 heures, à reflux, en présence de 175 g de potasse à 50% et 875 g d'éthanol. En fin de réaction, le mélange est refroidi à 30°C, puis dilué par
- 20 ajout d'eau déminéralisée. La solution hydro-alcoolique (SHA) obtenue est alors extraite à l'ampoule à décanter par le 1,2-dichloroéthane.

- Les phases organiques sont alors rassemblées et séchées
- 25 sur sulfate de sodium anhydre. La fraction insaponifiable dissoute est enfin récupérée après évaporation du solvant et séchage sous vide. Cette étape est effectuée dans un évaporateur rotatif, à 70°C, sous un vide de 1 mm de mercure, pendant 2 heures. On récupère ainsi 163 g de
- 30 fraction insaponifiable d'avocat, qui est alors stockée sous azote pour être analysée.

L'analyse physico-chimique et chromatographique de cette

fraction a donné les résultats suivants :

- Indice de peroxyde : 26,3 meq O₂/kg
- Indice de saponification : 10,7 mg KOH/g
- 5 - Résidu à l'incinération : 0,3 %
- Teneur en lipides furaniques : 62,2 %
- Teneur en alcools gras : 14,1
- Composés lourds : 13,2 %

10

Conclusions intermédiaires :

Tableau 1 : comparaison des différents procédés d'obtention de la fraction insaponifiable d'avocat /

15 Influence de la nature du traitement thermique

| Exemple | Variante (1) | Gain en Rendement (%) (1) | lipides furaniques (%) (2) | Composés lourds (%) | Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg) |
|---------|-------------------------------|---------------------------|----------------------------|---------------------|---|
| 1 | Chauffage poussé du fruit | - | 49,2 | 22,3 | 87,2 |
| 2 | Chauffage poussé de l'huile | + 12 % | 57,6 | 14,3 | 23,2 |
| 3 | Chauffage poussé du distillat | + 29 % | 62,2 | 13,2 | 26,3 |

(1) Gain par rapport à l'exemple 1 choisi comme procédé de référence

(2) Teneur en lipides furaniques de la fraction

insaponifiable obtenue

- 5 - Le procédé classique de chauffage poussé du fruit (exemple 1) conduit à un produit fortement oxydé ($I_p = 87,2$ meq O_2/kg) et présente une teneur notable en composés lourds (22,3 %), composés issus des processus chimiques de condensation, activés par la température et la durée élevée du processus.
- 10 - Le procédé de chauffage poussé de l'huile, effectué sous atmosphère inerte, permet un gain notable de rendement (+ 12 % par rapport au procédé de référence de chauffage du fruit). Il conduit aussi à un produit moins oxydé (Indice de peroxyde < 30), moins chargé en
- 15 composés lourds (environ 14 % contre 22 % précédemment) et inversement plus riche en lipides furaniques (57 % contre 49%).
- 20 - Le procédé de chauffage du distillat offre quant à lui un meilleur rendement (+ 29%) et une forte teneur en lipides furaniques dans l'insaponifiable final (62 %). Par conséquent, le rendement global en lipides furaniques est donc fortement accru.

25 Exemple 4 / Procédé de traitement thermique poussé du distillat en présence d'un catalyseur :

50 kg d'avocats frais, sont coupés en fines lamelles de 2 à 5 mm d'épaisseur, noyau compris, à l'aide d'un

30 trancheur à disque. L'outil de séchage est une étuve thermo-réglée à courant d'air chaud. Les avocats tranchés sont répartis sur une épaisseur de 4 à 5 cm sur

des clayettes étagées. La température de séchage est fixée à 70°C, sa durée est quant à elle de 48 heures. Une fois séchés, les fruits sont broyés puis soumis à une pression à froid. Cette opération est réalisée sur une
5 petite presse Komet de laboratoire. L'huile extraite est alors filtrée sur bûchner, puis stockée sous azote à l'abri de la lumière et de l'humidité.

L'huile obtenue est ensuite distillée dans un
10 distillateur moléculaire à film râclé, de type Leybold KDL 4, à une température de 230°C et sous un vide de 10^{-3} mm de mercure. Le rendement en distillat de cette opération est de 9,9 %.

15 Ce distillat est ensuite chauffé à 85°C, pendant 2 heures, en présence de 5% d'alumine acide (catalyseur), sous un courant continu d'azote, et dans un réacteur en verre équipé d'une agitation mécanique.

20 Dans un réacteur en verre, équipé d'une agitation mécanique et surmonté d'un réfrigérant, le distillat traité thermiquement est filtré et saponifié pendant 4 heures, à reflux, en présence de 175 g de potasse à 50% et 875 g d'éthanol. En fin de réaction, le mélange est
25 refroidi à 30°C, puis dilué par ajout d'eau déminéralisée. La solution hydro-alcoolique (SHA) obtenue est alors extraite à l'ampoule à décanter par le 1,2-dichloroéthane.

30 Les phases organiques sont alors rassemblées et séchées sur sulfate de sodium anhydre. La fraction insaponifiable dissoute est enfin récupérée après évaporation du solvant

et séchage sous vide. Cette étape est effectuée dans un évaporateur rotatif, à 70°C, sous un vide de 1 mm de mercure, pendant 2 heures. On récupère ainsi 126 g de fraction insaponifiable d'avocat, qui est alors stockée
5 sous azote pour être analysée.

L'analyse physico-chimique et chromatographique de cette fraction a donné les résultats suivants :

10

- Indice de peroxyde : 23,3 meq O₂/kg
- Indice de saponification : 11,3 mg KOH/g
- Résidu à l'incinération : 0,2 %

15

- Teneur en lipides furaniques : 71,5 %
- Teneur en alcools gras : 13,9
- Composés lourds : 5,2 %

Exemple 5 / Procédé de traitement thermique poussé du
20 distillat en absence de catalyseur :

50 kg d'avocats frais, sont coupés en fines lamelles de 2 à 5 mm d'épaisseur, noyau compris, à l'aide d'un trancheur à disque. L'outil de séchage est une étuve
25 thermo-régulée à courant d'air chaud. Les avocats tranchés sont répartis sur une épaisseur de 4 à 5 cm sur des clayettes étagées. La température de séchage est fixée à 70°C, sa durée est quant à elle de 48 heures. Une fois séchés, les fruits sont broyés puis soumis à une
30 pression à froid. Cette opération est réalisée sur une petite presse Komet de laboratoire. L'huile extraite est

alors filtrée sur büchner, puis stockée sous azote à l'abri de la lumière et de l'humidité.

5 L'huile obtenue est ensuite distillée dans un distillateur moléculaire à film râclé, de type Leybold KDL 4, à une température de 230°C et sous un vide de 10⁻³ mm de mercure. Le rendement en distillat de cette opération est de 9,9 %.

10 Ce distillat est ensuite chauffé à 85°C, pendant 2 heures, sous un courant continu d'azote, et dans un réacteur en verre équipé d'une agitation mécanique.

15 Dans un réacteur en verre, équipé d'une agitation mécanique et surmonté d'un réfrigérant, le distillat traité thermiquement est saponifié pendant 4 heures, à reflux, en présence de 175 g de potasse à 50% et 875 g d'éthanol. En fin de réaction, le mélange est refroidi à 30°C, puis dilué par ajout d'eau déminéralisée. La
20 solution hydro-alcoolique (SHA) obtenue est alors extraite à l'ampoule à décanter par le 1,2-dichloro éthane.

25 Les phases organiques sont alors rassemblées et séchées sur sulfate de sodium anhydre. La fraction insaponifiable dissoute est enfin récupérée après évaporation du solvant et séchage sous vide. Cette étape est effectuée dans un évaporateur rotatif, à 70°C, sous un vide de 1 mm de mercure, pendant 2 heures. On récupère ainsi 17 g de
30 fraction insaponifiable d'avocat, qui est alors stockée sous azote pour être analysée.

L'analyse physico-chimique et chromatographique de cette fraction a donné les résultats suivants :

- Indice de peroxyde : 21,2 meq O₂/kg
- 5 - Indice de saponification : 10,1 mg KOH/g
- Résidu à l'incinération : 0,1 %
- Teneur en lipides furaniques : 70,1 %
- Teneur en alcools gras : 14,2 %
- 10 - Composés lourds : 3,2 %

Conclusion :

L'ajout d'un catalyseur alumine augmente drastiquement la
15 vitesse de la transformation puisque à après 2 heures de
traitement thermique on obtient 126 g d'insaponifiable
contre à peine 17 g en absence d'alumine.

Contre-exemple / Procédé sans traitement thermique poussé
20 **du fruit ou de son huile optionnellement concentrée :**

50 kg d'avocats frais, sont coupés en fines lamelles de 2
à 5 mm d'épaisseur, noyau compris, à l'aide d'un
trancheur à disque. L'outil de séchage est une étuve
25 thermo-réglée à courant d'air chaud. Les avocats
tranchés sont répartis sur une épaisseur de 4 à 5 cm sur
des clayettes étagées. La température de séchage est
fixée à 65°C, sa durée est quant à elle de 72 heures. Une
fois séchés, les fruits sont broyés puis soumis à une
30 pression à froid. Cette opération est réalisée sur une
petite presse Komet de laboratoire. L'huile extraite est

alors filtrée sur büchner, puis stockée sous azote à l'abri de la lumière et de l'humidité.

5 L'huile obtenue est ensuite distillée dans un distillateur moléculaire à film râclé, de type Leybold KDL 4, à une température de 230°C et sous un vide de 10^{-3} mm de mercure. Le rendement en distillat de cette opération est de 9,1 %.

10

Dans un réacteur en verre, équipé d'une agitation mécanique et surmonté d'un réfrigérant, le distillat obtenu est saponifié pendant 4 heures, à reflux, en présence de 175 g de potasse à 50% et 875 g d'éthanol. En
15 fin de réaction, le mélange est refroidi à 30°C, puis dilué par ajout d'eau déminéralisée. La solution hydro-alcoolique (SHA) obtenue est alors extraite à l'ampoule à décanter par le 1,2-dichloroéthane.

20 Les phases organiques sont alors rassemblées et séchées sur sulfate de sodium anhydre. La fraction insaponifiable dissoute est enfin récupérée après évaporation du solvant sous vide et à basse température. Cette étape est effectuée dans un évaporateur rotatif, à 70°C, sous un
25 vide de 1 mm de mercure, pendant 2 heures. On récupère ainsi 105 g de fraction insaponifiable d'avocat, qui est alors stockée sous azote pour être analysée.

L'analyse physico-chimique et chromatographique de cette
30 fraction a donné les résultats suivants :

21

- Indice de peroxyde : 5,1 meq O₂/kg
- Indice de saponification : 11,3 mg KOH/g
- Résidu à l'incinération : 0,4 %

- 5
- Teneur en lipides furaniques : 5,2 %
 - Teneur en alcools gras : 13,7
 - Composés lourds : 31,2 %

10 **Conclusion :**

En l'absence d'une étape de chauffage poussé du fruit ou de l'huile qui résulterait de fruits non chauffés, la teneur en lipides furaniques de la fraction
15 insaponifiable d'avocat obtenue est extrêmement faible (largement inférieure à 10%).

20

25

30

Revendications

1. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche
en lipides furaniques, caractérisé en ce qu'il comprend
5 les étapes successives suivantes :

- (1) une étape de déshydratation contrôlée des avocats
frais ou ayant subi des transformations
préalables, réalisée à une température comprise
10 entre -50°C et 75°C,
- (2) une étape d'extraction de l'huile de fruits
déshydratés,
- (3) une étape, alternativement,
 - a. de traitement thermique de l'huile extraite à
15 une température pouvant varier de 80 à 150°C,
puis d'une étape de concentration de l'huile en
sa fraction insaponifiable ou bien,
 - b. d'une étape de concentration de l'huile en sa
fraction insaponifiable, puis d'un traitement
20 thermique à une température pouvant varier de 80
à 150°C,
- (4) suivie d'une étape de saponification et
d'extraction de l'insaponifiable.

25 2. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche
en lipides furaniques selon la revendication 1,
caractérisé en ce que le traitement thermique lors de
l'étape (3) a. ou (3) b. est effectué en présence d'un
catalyseur.

30

3. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche
en lipides furaniques selon la revendication 2,

caractérisé en ce que le catalyseur est un catalyseur acide de type catalyseurs minéraux ou organiques homogènes choisis dans le groupe des acides chlorhydrique, sulfurique, acétique ou paratoluènesulfonique ou bien un catalyseur solide hétérogène choisi dans le groupe constitué par la silice, l'alumine, les silices-alumines, les zircons, les zéolithes et les résines acides.

10 4. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon la revendication 3, caractérisé en ce que le catalyseur est de type alumine acide, de surface spécifique au moins égale à 200 m²/g.

15 5. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la déshydratation de l'étape (1) est choisie parmi le groupe constitué par le séchage sous courant d'air chaud ou sous
20 atmosphère contrôlée, le séchage à pression atmosphérique ou sous vide, en couche épaisse ou couche mince, le séchage par micro-ondes, le séchage par pulvérisation, la lyophilisation et la déshydratation osmotique en solution ou en phase solide.

25

6. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon la revendication 5, caractérisé en ce que la déshydratation de l'étape (1) consiste en un séchage en séchoirs ventilés, en couche
30 mince et sous courant d'air chaud, à une température comprise entre 70 et 75°C, pendant 8 à 36 heures.

7. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'extraction de l'étape (2) est effectuée par une simple pression à froid ou grâce à un solvant à basse température.

8. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipide furanique selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'étape de concentration de l'étape (3)a. ou (3)b. est une cristallisation à froid ou une distillation moléculaire.

9. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat selon la revendication 8, caractérisé en ce que la l'étape de concentration est une distillation moléculaire qui est réalisée à une température comprise entre 180 et 260°C en maintenant une pression comprise entre 10^{-3} et 10^{-2} mmHg.

10. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la distillation moléculaire est mise en œuvre dans un dispositif choisi parmi les distillateurs moléculaires de type centrifuge et les dispositifs moléculaires de type à film raclé.

11. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'étape (4) de saponification de l'huile ou de l'extrait huileux est mise en œuvre en présence de potasse ou de soude en milieu alcoolique suivie d'une ou plusieurs

extraction(s).

12. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'extraction a lieu par extraction liquide-liquide avec un solvant organique choisi dans le groupe des alcanes, des alcanes halogénés, des solvants aromatiques et des éthers.
- 10 13. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon la revendication 10, caractérisé en ce que le solvant organique pour l'extraction est le 1,2-dichloroéthane.
- 15 14. Procédé d'obtention d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques selon l'un quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce qu'il est suivi d'une étape de désodorisation.

ABREGE DESCRIPTIF

5 La présente invention concerne un procédé d'obtention
d'un insaponifiable d'avocat riche en lipides furaniques
qui comprend les étapes successives (1) de déshydratation
contrôlée des avocats frais ou ayant subi des
transformations préalables, (2) d'extraction de l'huile
10 de fruits déshydratés, (3) d'un traitement thermique de
l'huile extraite et d'une étape de concentration de
l'huile en sa fraction insaponifiable ou alternativement,
ces deux opérations pouvant être effectuées
successivement dans cet ordre ou dans l'ordre inverse et
15 enfin (4) une étape de saponification et d'extraction de
l'insaponifiable.

PCT Application
FR0302379

